	EXAME/ENSAIOS DE AM DOS MEDIDORES DE UMIDADE DE GRÃOS	NORMA N° NIT-SEFIQ-005	REV. N° 01
		PUBLICADO EM JAN/2023	PÁGINA 1/11

SUMÁRIO

- 1 Objetivo**
- 2 Campo de aplicação**
- 3 Responsabilidade**
- 4 Documentos de referência**
- 5 Documentos complementares**
- 6 Siglas**
- 7 Termos e definições**
- 8 Instrumentos, equipamentos e materiais utilizados**
- 9 Exames**
- 10 Ensaios**
- 11 Histórico da revisão e quadro de aprovação**

1 OBJETIVO

Esta norma estabelece os procedimentos que devem ser adotados nos exames e ensaios de avaliação de modelo dos medidores de umidade de grãos - MUG.

2 CAMPO DE APLICAÇÃO


Esta norma se aplica à Dimel/Dgtec/Sefiq e aos laboratórios acreditados na Portaria Inmetro n° 47/2022, ou o que venha a substituir.

3 RESPONSABILIDADE

A responsabilidade pela revisão desta Norma é da Dimel/Dgtec/Sefiq.

4 DOCUMENTOS DE REFERÊNCIA

Portaria Inmetro n.º47/2022	Aprovar o Regulamento Técnico Metrológico - RTM e seu Anexo que estabelecem os requisitos a que devem atender os medidores de umidade de grãos utilizados na determinação da umidade de grãos
Portaria Inmetro n.º232/2012	Vocabulário Internacional de Metrologia: Conceitos Fundamentais e Gerais e Termos Associados - 1a. Edição Luso-brasileira (2012)
Portaria Inmetro n.º 150/2016	Adotar, no Brasil, o Vocabulário Internacional de Termos de Metrologia Legal (VIML)
Portaria Inmetro n.º 176/2021	Estabelece as diretrizes e requisitos gerais para o processo de avaliação de modelo.
NCWN	National Conference on Weights and Measures. Publication 14 – 2010

 INMETRO	NIT-SEFIQ-005	REV. 01	PÁGINA 2/11
---	----------------------	--------------------	------------------------

5 DOCUMENTOS COMPLEMENTARES

FOR-Dimel-246	Registro de medições para AM para Medidores de Umidade de Grãos
FOR-Dimel-247	Análise da documentação de Medidores de Umidade de Grãos
FOR-Dimel-248	Registro de exame geral de Medidores de Umidade de Grãos
NIT-Sefiq-004	Ensaio para determinação de umidade – Método Estufa

6 SIGLAS

As siglas das UP/UO do Inmetro podem ser acessadas em:
<http://www.inmetro.gov.br/inmetro/pdf/regimento-interno.pdf>.

AM	Avaliação de Modelo
DBO	Demanda Bioquímica de Oxigênio
EMA	Erro Máximo Admissível
MUG	Medidores de Umidade de Grãos
RAS	Regras para Análises de Sementes
RTM	Regulamento Técnico Metrológico

7 TERMOS E DEFINIÇÕES

7.1 Para fins desta Norma, são aplicáveis as definições estabelecidas pelas Portarias Inmetro n.º 150/2016 e n.º 232/2012 assim como as constantes no item 1 do RTM-MUG.

7.2 Amostra global – amostra composta de porções de outras amostras de modo a representar colheitas de várias regiões do país.

8 INSTRUMENTOS, EQUIPAMENTOS E MATERIAIS UTILIZADOS

8.1 Para realização das atividades, os seguintes materiais são necessários:

- a) estufa com controle de variação de temperatura de 1,0 °C e ventilação forçada;
- b) cápsulas cilíndricas (aproximadamente ϕ 60 mm) com tampa de alumínio, devidamente identificadas;
- c) balança analítica, com resolução mínima de 0,001 g (Classe II);
- d) dessecador;
- e) alumina ativada ou outro dessecante apropriado;
- f) luvas;
- g) espátula;
- h) pinça;
- i) frascos ou sacos de polietileno antiestático, para armazenamento e transporte dos grãos;
- j) termômetro padrão com resolução mínima de 0,1 °C, para checagem periódica da estufa;

 INMETRO	NIT-SEFIQ-005	REV. 01	PÁGINA 3/11
---	----------------------	--------------------	------------------------

- k) peneiras;
- m) câmara climática; e,
- n) incubadora tipo DBO ou geladeira para armazenamento das amostras à 5 °C.

9 EXAMES

9.1 Exame da documentação e exame geral dos exemplares (item 3.1 a 3.4, 5, 6.1.3 a 6.1.8 Anexo B e 2.2 a 2.3 do Anexo B do RTM-MUG).

9.2 O exame da documentação deverá ser registrado no FOR-Dimel-247, assim como o exame geral no FOR-Dimel-248.

9.3 Caso toda a documentação e os exemplares estejam conformes, prosseguir para a realização dos ensaios;

9.4 Caso existam não-conformidades na documentação ou no exame geral dos exemplares, essas deverão ser comunicadas ao requerente.

9.5 O processo somente poderá seguir para a fase de ensaios quando todas as não-conformidades pendentes tiverem sido corrigidas.

9.6 Observar o prazo máximo para a correção das não-conformidades.

10 ENSAIOS

10.1 Os ensaios devem ser feitos sob as condições ambientais de temperatura entre 20 °C e 24 °C.

10.2 Envio das amostras


10.2.1 O requerente deverá enviar as amostras para análise conforme o especificado no sistema Orquestra, obedecendo aos seguintes procedimentos:

- a) as amostras devem estar em recipiente hermeticamente fechado, com indicação nominal do valor de umidade, local e data da colheita;
- b) deverá enviar 10 amostras distintas para cada intervalo de umidade em embalagem de 500g (ou conforme necessidade do medidor), conforme Tabela 1:

Tabela 1 – Exemplo para envio de amostras

Tipo de grão	Umidade	Embalagens (un)	Peso por embalagem (g)	Total (g)
Soja	10% - 12%	10	500	5.000
	12% - 14%	10	500	5.000
	14% - 16%	10	500	5.000
Café	10% - 12%	10	500	5.000
	12% - 14%	10	500	5.000
	14% - 16%	10	500	5.000

(continua)

 INMETRO	NIT-SEFIQ-005	REV. 01	PÁGINA 4/11
---	----------------------	--------------------	------------------------

Tipo de grão	Umidade	Embalagens (un)	Peso por embalagem (g)	Total (g)
Milho	12% - 14%	10	500	5.000
	14% - 16%	10	500	5.000
	16% - 18%	10	500	5.000
Feijão	10% - 12%	10	500	5.000
	12% - 14%	10	500	5.000
	14% - 16%	10	500	5.000
Arroz	10% - 12%	10	500	5.000
	12% - 14%	10	500	5.000
	14% - 16%	10	500	5.000

Fonte: Dimel/Dgtec/Sefiq

- c) a coleta das amostras deverá seguir o procedimento constante no item 1.4 do RAS; e,
d) caso haja deterioração da amostra durante o transporte o requerente deverá enviar nova amostra de modo que chegue em perfeitas condições.

Nota - As embalagens enviadas devem ser representativas das regiões onde há cultivo dos grãos analisados

10.3 Tratamento das amostras

10.3.1 Para uma melhor reprodutividade, seguir as seguintes etapas:

- a) as amostras deverão ser acondicionadas em sacos ou garrafas herméticas e mantidas em refrigeração aproximada de 5 °C; e,
b) limpar as amostras através da remoção de materiais estranhos e impurezas conforme Anexo B da NIT-Sefiq-004.

Nota - Antes de realizar os ensaios, as amostras serão ambientadas no laboratório por um período mínimo de 4 horas dentro de sua embalagem, saco ou garrafa.

10.4 Procedimento de ensaio – método padrão estufa

Fazer conforme procedimento NIT-Sefiq-004 (método estufa)

10.5 Ensaio de determinação dos erros e repetitividade (7.1 RTM-MUG)

10.5.1 Etapas para o ensaio:

- a) o procedimento deverá estar de acordo com as instruções fornecidas pelo requerente no manual do usuário;
b) deverão ser realizados ensaios nas cinco espécies de grãos (soja, milho, arroz, café e feijão);
c) para cada grão serão selecionados três intervalos de umidade (e.x: 10-12%; 12-14% e 14-16%)
d) deverão ser recolhidas 10 amostras para cada intervalo de umidade;
e) cada amostra deverá ser lida em triplicata;

Nota - O valor médio da triplicata é a melhor estimativa do teor de umidade em uma amostra.

- f) os dois instrumentos devem ser submetidos aos ensaios em sequência conforme Tabela 2;
g) anotar os resultados no FOR-Dimel-246;

	NIT-SEFIQ-005	REV. 01	PÁGINA 5/11
---	----------------------	--------------------	------------------------

- h) aprovar os exemplares se atenderem aos EMA da Tabela 3: e,
i) aprovar os exemplares se o desvio padrão for menor ou igual a 0,5xEMA.

Tabela 2 - Sequência de leituras para o ensaio determinação dos erros e repetitividade

Análises	Replicata ¹	Instrumento
1	1	1
2	1	2
3	2	1
4	2	2
5	3	1
6	3	2
-	-	-
-	-	-
-	-	-
59	3	1
60	3	2

Fonte: Dimel/Dgtec/Sefiq

¹ Medições sucessivas de alíquotas idênticas (replicatas) para avaliar um parâmetro

Tabela 3 - EMA para AM nas classes de exatidão em função do tipo de grão.

TIPOS DE GRÃO	EMA EM PORCENTAGEM DO CONTEÚDO DE UMIDADE (%U)
Feijão, Arroz, Soja, Milho e Café	0,4; se 0,025 x % U < 0,4; 0,025 x % U; se 0,025 x % U ≥ 0,4

Fonte: Portaria Inmetro n.º 47/2022

Para calcular o erro utilizar a equação 1:

$$EMA = \frac{\sum_{i=1}^n (\bar{x}_i - r_i)}{n} \quad (1)$$

Onde:

\bar{x}_i = média

r_i = valor de umidade de referência

n = número de amostras (n=10)

Para calcular o desvio padrão utilizar a equação 2:


$$SD = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n \sum_{j=1}^3 (X_{ij} - \bar{X}_i)^2}{2n}} \quad (2)$$

Onde:

X_{ij} = valor de umidade para cada amostra i e replicata j

\bar{X}_i = media dos três valores de umidade para amostra i ,

n = número de amostras em cada 2 % de intervalo de umidade ($n = 10$)

 INMETRO	NIT-SEFIQ-005	REV. 01	PÁGINA 6/11
---	----------------------	--------------------	------------------------

10.6 Ensaio de desnivelamento (7.2.1 RTM-MUG)

10.6.1 Será escolhido um tipo de grão para ser submetido a este ensaio (preferencialmente soja).

10.6.2 Utilizar amostra global com umidade entre 12 % a 14 %.

10.6.3 Realizar 5 medições com os instrumentos nivelados (etapa1).

10.6.4 As leituras devem ser alternadas entre os instrumentos 1 e 2 conforme Tabela 4:

Tabela 4 – Sequência de leituras para o ensaio de desnivelamento

Análises	Replicata	Instrumento
1	1	1
2	1	2
3	2	1
4	2	2
-	-	-
-	-	-
-	-	-
9	5	1
10	5	2

Fonte: Dimel/Dgtec/Sefiq

10.6.5 Eleve ambos os instrumentos para direita ou esquerda a uma de inclinação de 5%.

Nota - Podem ser utilizados calços em substituição à mesa niveladora.

10.6.6 Realizar 5 medições com os instrumentos inclinados (etapa 2).

10.6.7 As leituras devem ser alternadas entre os instrumentos 1 e 2 conforme tabela 4.

10.6.8 Retorne os instrumentos para a posição inicial (nivelados).

10.6.9 Repetir os passos 10.6.3 e 10.6.4 (etapa 3).

10.6.10 A média entre as etapas 1 e 3 será utilizada para determinar o efeito sobre as leituras quando o instrumento estiver inclinado da direita para esquerda (etapa 2).

10.6.11 Eleve ambos os instrumentos para frente ou para trás a uma inclinação de 5%.

10.6.12 Repetir os passos 10.6.6 e 10.6.7 (etapa 4).

10.6.13 Retorne os instrumentos para a posição inicial (nivelados).

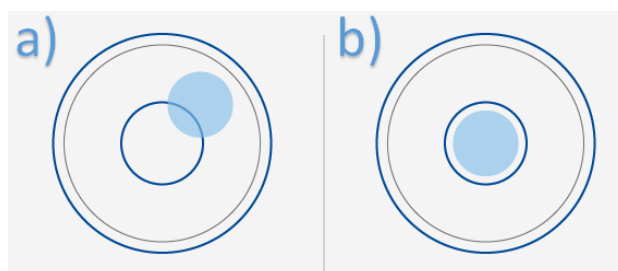
10.6.14 Repetir os passos 10.6.3 e 10.6.4 (etapa 5).

10.6.15 A média entre as etapas 3 e 4 será utilizada para determinar o efeito sobre as leituras quando o instrumento estiver inclinado para frente ou para trás (etapa 5).

10.6.16 O valor máximo admissível para a diferença entre a média em cada orientação e a média na posição de referência (nivelada, Figura 1b) deverá ser $\pm 0,5 \times \text{EMA}$.

Nota - Para instrumentos com nível de bolha, a referência para a inclinação será quando a bolha estiver dentro da indicação circular, ver Figura 1a.

Figura 1 – Posição da bolha para instrumentos com indicação de nível



Fonte: study.com (adaptado)

10.7 Umidade

10.7.1 Será escolhido um tipo de grão para ser submetido a este ensaio (preferencialmente soja).

10.7.2 Utilizar amostra global para este ensaio com umidade entre 12% a 14%.

10.7.3 Retirar uma porção desta amostra para ser analisada na estufa.

10.7.4 Os instrumentos ligados devem ser colocados em câmara climática a 22 °C e umidade relativa de 20% por um período de 16 horas.

10.7.5 Quando os instrumentos estiverem estabilizados, deve-se realizar 10 leituras com os grãos selecionados em cada instrumento.

10.7.6 As leituras devem ser alternadas entre os instrumentos 1 e 2 conforme Tabela 5:

Tabela 5 – Sequência de leituras para ensaio de umidade

Análises	Replicatas	Instrumento
1	1	1
2	1	2
3	2	1
4	2	2
-	-	-
-	-	-
-	-	-
19	10	1
20	10	2

Fonte: Dimel/Dgtec/Sefiq

10.7.7 Retirar uma segunda porção desta amostra para ser analisada na estufa.

	NIT-SEFIQ-005	REV. 01	PÁGINA 8/11
---	----------------------	--------------------	------------------------

10.7.8 Na segunda etapa, elevar a umidade relativa da câmara climática para 90% e colocar os instrumentos ligados por um período de 16 horas, após estabilizar, realizam-se 10 leituras nos instrumentos 1 e 2 conforme sequência da Tabela 5.

10.7.9 Após o termino das leituras retirar uma porção da amostra para ser analisada na estufa.

10.7.10 A diferença entre as médias da primeira etapa e da segunda não deverá ultrapassar $\pm 0,5 \times \text{EMA}$ do item 2.3.1 do Anexo A (RTM-MUG).

Nota - Os resultados da estufa serão utilizados para controle da amostra a fim de monitorar sua estabilidade.

10.8 Temperatura de armazenamento

10.8.1 Será escolhido um tipo de grão para ser submetido a este ensaio (preferencialmente soja).

10.8.2 Utilizar amostra global para este ensaio com umidade entre 12% a 14%.

10.8.3 Retirar uma porção desta amostra para ser analisada na estufa.

10.8.4 Dividir o restante em amostra duas porções e etiquetar cada uma com o respectivo número de série do instrumento a ser ensaiado.

10.8.5 Realizar 10 medições na temperatura de referência (item 10.1) em cada instrumento com suas respectivas amostras etiquetadas.

10.8.6 Colocar os instrumentos desligados na câmara climática e programá-la para 3 h em 55 °C (rampa de 0,55 °C/min), seguido de mais 3 h em -20 °C (rampa de 1,25 °C/min), ver Figura 2.

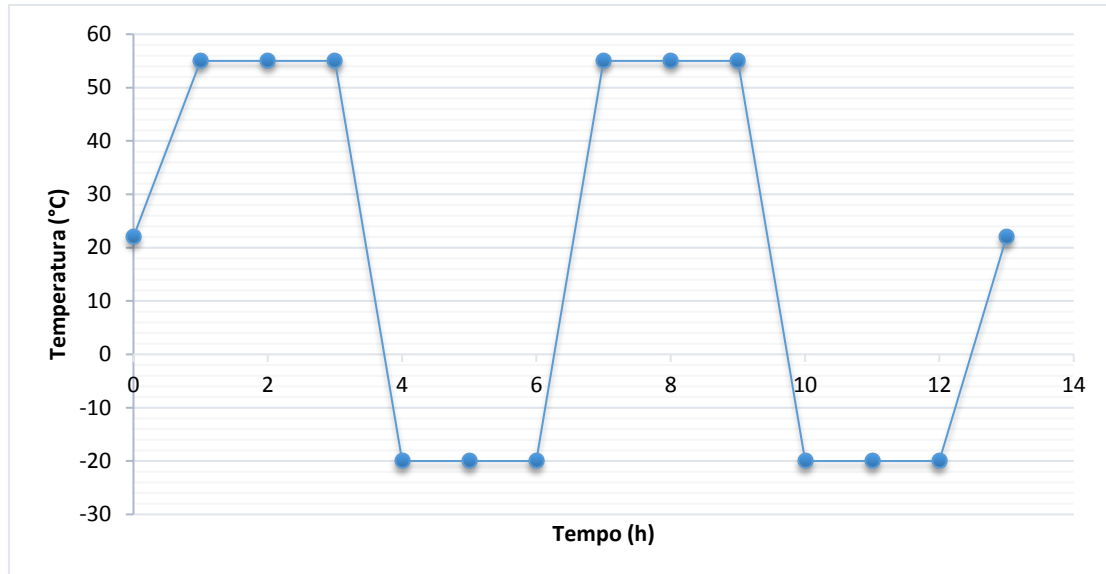
10.8.7 Retirar uma porção de cada amostra anteriormente etiquetada para serem analisadas na estufa.

10.8.8 Após o término do programa, retirar os instrumentos da câmara, mantê-los por 12 h à temperatura de referência e realizar 10 medições em cada instrumento com suas respectivas amostras etiquetadas.

10.8.9 A diferença entre as médias da primeira leitura e da segunda não deverá ultrapassar $\pm 0,5 \times \text{EMA}$.

Nota - Os resultados da estufa serão utilizados para controle da amostra a fim de monitorar sua estabilidade.

Figura 2 – Rampa para ensaio de temperatura de armazenamento



Fonte: Dimel/Dgtec/Sefiq

10.9 Ensaio de sensibilidade à temperatura do instrumento

10.9.1 Será escolhido um tipo de grão para ser submetido a este ensaio (preferencialmente soja).

10.9.2 Serão usadas três amostras de umidade para este tipo de grão, com de intervalo de 2% (por exemplo, 10% a 12%, 12% a 14% e 14% a 16%).

10.9.3 Cada amostra deverá ser dividida em três porções para serem ensaiadas a temperatura de referência T_{ref} , à temperatura fria T_1 e à temperatura quente T_2 , etiquetar cada porção.

10.9.4 Para cada porção serão realizadas três leituras.


10.9.5 Os instrumentos devem ser testados em uma câmara climática sob as seguintes condições:

- temperatura de referência, T_{ref} , (item 10.1) e umidade relativa do ar de 65%;
- temperatura no limite inferior de operação (T_1) e umidade relativa do ar de 65%; e,
- temperatura no limite superior de operação (T_2), a razão de umidade constante de 0,011 kg de água por kg de ar seco.

Nota - Os valores de umidade absoluta constante no item anterior são em umidade relativa de 41,3% e 23,7 % para as temperaturas de 30 °C e 40 °C respectivamente.

10.9.6 Os valores de T_1 e T_2 são os declarados pelo fabricante. Se o intervalo não for declarado pelo fabricante, a faixa de temperatura de operação será no mínimo de 10 °C a 30 °C.

10.9.7 Para um melhor desempenho do ensaio de sensibilidade à temperatura do Instrumento, este deverá ser feito em três dias consecutivos, sendo, dia 1: temperatura de referência; dia 2: limite inferior e dia 3: limite superior.

 INMETRO	NIT-SEFIQ-005	REV. 01	PÁGINA 10/11
---	----------------------	--------------------	-------------------------

10.9.8 Dia 1 - temperatura de referência

De acordo com as seguintes etapas:

- a) as amostras e os instrumentos permanecerão na câmara climática a 22 °C e umidade relativa de 65 % por um período de 4 horas;
- b) retirar uma porção das três amostras para serem analisadas na estufa;
- c) utilizar a amostra com umidade de 10 % - 12 %;
- d) as leituras devem ser alternadas entre os instrumentos 1 e 2 conforme Tabela 6:

Tabela 6 – Sequência de leituras ensaio de temperatura

Análises	Replicata	Instrumento
1	1	1
2	1	2
3	2	1
4	2	2
5	3	1
6	3	2

Fonte: Dimel/Dgtec/Sefiq

- e) repetir o item 10.9.8 (d) para as amostras com umidade de 12 % a 14 %;
- f) repetir o item 10.9.8.(d) para as amostras com umidade de 14 % a 16 %; e
- g) retirar uma porção das três amostras para serem analisadas na estufa.

10.9.9 Dia 2 - Limite inferior

De acordo com as seguintes etapas:


- a) diminuir a temperatura da câmara climática até o limite inferior declarado pelo fabricante (T_1);
- b) retirar uma porção das três amostras para serem analisadas na estufa;
- c) colocar as amostras T_1 e os instrumentos na câmara; e
- d) após a estabilidade dos instrumentos e das amostras por um período de 4 horas, repetir do item 10.9.8 (d) ao item 10.9.8 (g).

10.9.10 Dia 3 - limite superior

De acordo com as seguintes etapas:

- a) aumentar a temperatura da câmara climática até o limite superior declarado pelo fabricante (T_2);
- b) retirar uma porção das três amostras para serem analisadas na estufa;
- c) colocar as amostras T_2 e os instrumentos na câmara;
- d) após a estabilidade dos instrumentos e das amostras por um período de 4 horas, repetir do item 10.9.8 (d) ao item 10.9.8 (g);
- e) anotar os valores no FOR-Dimel-246; e
- f) a média de cada repetição de medição deve ser determinada para cada nível de temperatura. A diferença máxima permitida entre as médias de T_{ref} e T_1 e entre T_{ref} e T_2 é de $\pm 0,8 \times EMA$.

Nota – Os resultados da estufa serão utilizados para controle da amostra a fim de monitorar sua estabilidade.

 INMETRO	NIT-SEFIQ-005	REV. 01	PÁGINA 11/11
---	----------------------	--------------------	-------------------------

11 HISTÓRICO DA REVISÃO E QUADRO DE APROVAÇÃO

Revisão	Data	Itens Revisados
01	Jan/2023	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Título; e ▪ Item 10.5 letra b.

Quadro de Aprovação		
	Nome	Atribuição
Elaborado por:	Ana Gleice da Silva Santos	Pesquisadora-Tecnologista
Verificado por:	Célio Fraga	Pesquisador-Tecnologista
Aprovado por:	Flávio Willian Sant'Ana	Chefe do Sefiq